

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ХРОМАТОГРАФИЯ

Учебно-методическое пособие

Воронеж
Издательский дом ВГУ
2019

Содержание

Хроматография. Общая характеристика метода.....	4
Классификация методов	6
Хроматографический пик и элюционные характеристики.....	10
Кинетическая теория и метод теоретических тарелок.....	16
Основные узлы приборов для хроматографического анализа	19
Газовая хроматография (ГХ).....	21
Планарная хроматография (ПХ).....	21
Ионообменная хроматография.....	30
Лабораторные работы.....	40
Лабораторная работа № 1. <i>Определение содержания спиртов методом ГЖХ</i>	40
Лабораторная работа № 2. <i>Определение содержания сульфата натрия</i>	48
Лабораторная работа № 3. <i>Разделение ионов цинка и никеля на анионообменнике</i>	51
Лабораторная работа № 4. <i>Определение аминокислот методом хроматографии в тонком слое сорбента (ТСХ) или методом бумажной хроматографии (БХ)</i>	56
Лабораторная работа № 5. <i>Определение концентрации соли никеля методом осадочной хроматографии на бумаге</i>	60
Лабораторная работа № 6. <i>Качественное и количественное определение примесей салициловой кислоты в ацетилсалициловой кислоте (аспирине) методом обращенно-фазовой ВЭЖХ</i>	66
Лабораторная работа № 7. <i>Качественное и количественное определение кофеина методом обращенно-фазовой ВЭЖХ</i>	70
Библиографический список	75

Три года спустя последовали два уточняющих открытия «о физико-химическом изучении адсорбции хлорофиллов» и «адсорбционный анализ и метод хроматографии, применение к химии хлорофиллов». Этот метод М. С. Цвет назвал *хроматографией* (от греч. *χρῶμα* – цвет и *γραφω* – пишу), хотя сам же указал на возможность разделения и бесцветных веществ. Заметное развитие хроматографических методов началось в 1930-е гг., когда возникла острая потребность в новом методе разделения смесей и очистки веществ, разлагающихся при нагревании. Хроматография продолжает бурно развиваться и в настоящее время является одним из наиболее перспективных методов анализа.

КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ

1. По агрегатному состоянию фаз.

Газовая хроматография – подвижная фаза (ПФ) – является газом; газотвердофазная (неподвижная фаза (НФ) – твердое вещество), газожидкостная хроматография (неподвижная фаза – жидкость).

Жидкостная хроматография – подвижная фаза – жидкость; жидкостно-твердофазная хроматография (неподвижная фаза – твердый сорбент), жидкостно-жидкостная хроматография (неподвижная фаза – жидкость).

2. По технике выполнения.

Колоночная хроматография.

Планарная хроматография – неподвижная фаза нанесена на плоскость (бумажная хроматография, хроматография в тонком слое сорбента).

3. По механизму взаимодействия.

Адсорбционная – различие в адсорбируемости веществ на твердом сорбенте.

Распределительная – различная растворимость в подвижной и неподвижной фазах.

Ионообменная – различие в электростатическом взаимодействии ионов с ионогенными группами сорбентов.

Эксклюзионная – различие в размерах и формах молекул.

Аффинная – за счет специфических взаимодействий некоторых биологически активных веществ.

Осадочная – различие в растворимости осадков разделяемых веществ.

Адсорбционно-комплексообразовательная – образование координационных соединений разной устойчивости.

4. По цели хроматографирования.

Аналитическая – проведение качественного или количественного анализа.

Препаративная – получение веществ в чистом виде для концентрирования и выделения микропримесей.

Промышленная – как часть автоматизированного процесса производства.

5. По способам проведения хроматографического процесса: *фронтальная*; *вытеснительная*; *элюентная*. Рассмотрим их подробнее.

Фронтальная хроматография

Для проведения фронтальной хроматографии (рис. 1) смесь веществ непрерывно вводится в колонку или непрерывно подается на бумагу или пластинку. Рассмотрим смесь веществ, которые по прочности связи с сорбентом располагаются в ряд: $A < B < B$. Сначала из колонки вытекает чистый растворитель. Далее следует раствор вещества с наименьшей прочностью связи с сорбентом (А), потом раствор $A + B$ и наконец $A + B + B$. В чистом виде выходит только компонент А, затем остальные компоненты, содержащие примесь друг друга. В результате чего фронтальная хроматография не нашла широкого применения.

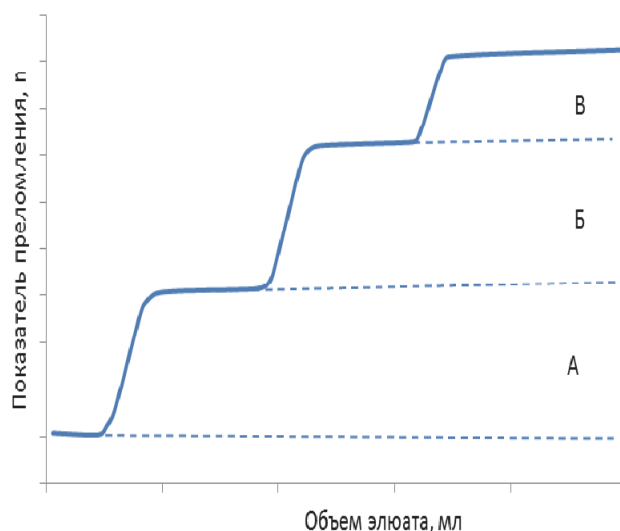


Рис. 1. Фронтальная хроматограмма

Вытеснительная хроматография

Для проведения вытеснительной хроматографии (рис. 2) некоторое количество смеси веществ (А, Б, В) вводят в колонку, а затем через нее подают раствор, содержащий вещество Г (вытеснитель) с *большой сорбируемостью*, чем компоненты разделяемой смеси. По мере того как анализируемая смесь проходит через колонку, компоненты смеси вытесняют друг друга из неподвижной фазы в соответствии с их сродством к этой фазе. В фазе сорбента равновесие вытеснения устанавливается многократно. В результате компоненты элюируются из колонки в последовательности, соответствующей сродству веществ к неподвижной фазе: первым, как и во фронтальной, выходит раствор вещества с меньшим сродством – А, а затем Б, В, Г. Все компоненты выделяются из колонки отдельно. Этот метод не позволяет полностью разделить все компоненты. Они вытесняются в следующей последовательности А, А + Б, Б, Б + В, В, В + Г, Г, т. е. наряду с чистыми компонентами выходят смеси веществ, которые необходимо еще раз хроматографировать.

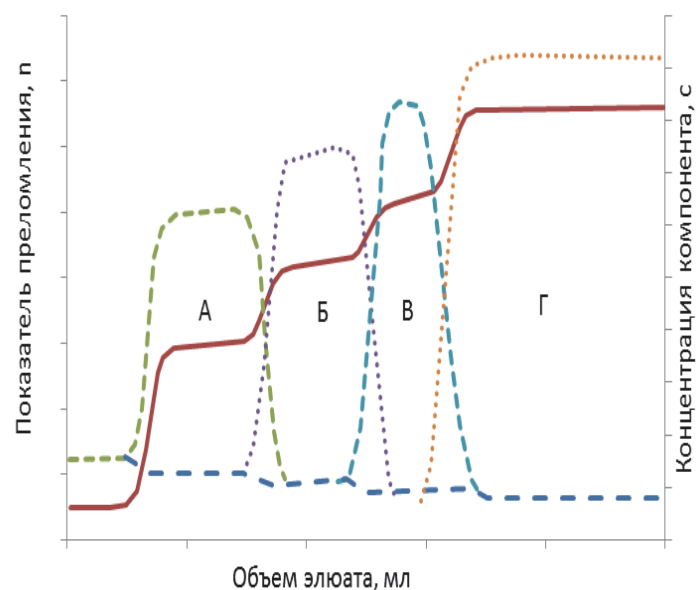


Рис. 2. Вытеснительная хроматограмма

Вытеснительная хроматография имеет значение прежде всего как препаративный метод преимущественно в масштабе пилотных установок, однако она не пригодна для аналитических целей.

Элюентная (проявительная) хроматография

Метод элюентной хроматографии нашел самое широкое применение (рис. 3). Смесь веществ *A, B, C* помещают в колонку, затем промывают либо растворителем, либо веществом с *наименьшей сорбционной способностью*. Это вещество обычно подбирается так, чтобы оно не давало аналитического сигнала. В результате многократного установления равновесия между подвижной и неподвижной фазами компоненты *A, B, C* медленно перемещаются по хроматографической системе. При этом требуется относительно большое количество элюента. Однако этим методом можно элюировать каждый компонент независимо от других.

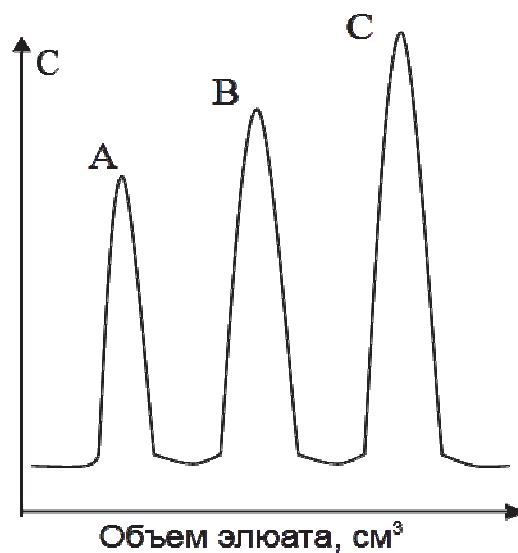


Рис. 3. Элюентная хроматограмма

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ ПИК И ЭЛЮЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

В хроматографии чаще всего используют методику *проявительного (элюентного) анализа*, при которой газ или раствор, выходящий из колонки, анализируется непрерывно. Типичная выходная кривая (хроматограмма) проявительного анализа приведена выше, на рис. 3. Рассмотрим ее более подробно (рис. 4).

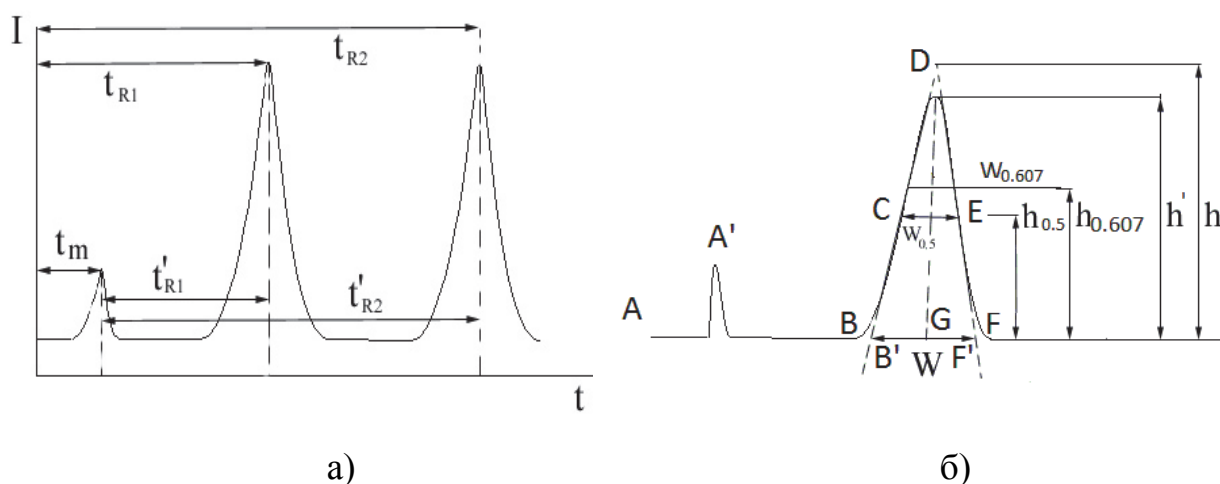


Рис. 4. Параметры удерживания веществ (а) и параметры хроматографического пика (б) в колоночной хроматографии